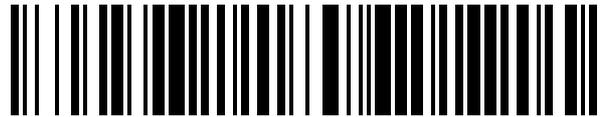


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **1 239 889**

21 Número de solicitud: 201931498

51 Int. Cl.:

D01F 2/10 (2006.01)

12

SOLICITUD DE MODELO DE UTILIDAD

U

22 Fecha de presentación:

25.04.2017

30 Prioridad:

28.04.2016 AT AT20160050381

43 Fecha de publicación de la solicitud:

22.01.2020

71 Solicitantes:

**LENZING AKTIENGESELLSCHAFT (100.0%)
Werkstrasse 2
4860 Lenzing AT**

72 Inventor/es:

**FUCHS, Heidrun;
SCHÖNBERGER, Christoph;
KRONER, Gert y
SCHOBESBERGER, Harald**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

54 Título: **FIBRA DE VISCOSA MODIFICADA**

ES 1 239 889 U

DESCRIPCIÓN

FIBRA DE VISCOSA MODIFICADA

5

La presente invención se refiere a una fibra de viscosa modificada, un proceso para la producción de la fibra de viscosa según la presente invención, y a su utilización.

10

En particular, la invención se refiere a una fibra de viscosa modificada con un material incorporado a partir de algas, con propiedades de utilización mejoradas para aplicaciones textiles, particularmente en el sector de géneros de punto, que satisfacen las expectativas del consumidor en cuanto a lavabilidad sin restricciones y, respectivamente, también los requisitos de lavado industrial, para su utilización en la fabricación de hilos y conjuntos planos, y a un proceso para la producción de esas fibras.

15

El documento EP 1 259 564 describe la producción de fibras y cuerpos moldeados según el proceso NMMO a partir de una disolución polimérica que comprende un polímero biodegradable, normalmente celulosa, y un material a partir de plantas marinas y/o conchas de animales marinos y, opcionalmente, aditivos adicionales. Según el documento EP 1 259 564, cuerpos moldeados producidos de esta manera tienen una tendencia más baja a la fibrilación en comparación con los cuerpos moldeados correspondientes según el proceso NMMO sin aditivos. Esta conclusión se obtuvo en base a la estructura de fibra cambiada, que puede verse en imágenes de SEM, de manera más precisa en base a una orientación longitudinal reducida.

25

Además, el documento EP 1 259 564 da a conocer la producción de fibras y cuerpos moldeados modificados mediante la adición de un material a partir de plantas marinas y/o conchas de animales marinos según un proceso de viscosa. A modo de ejemplo, el 15% (ejemplo 7) y el 1,7% (ejemplo 8) de un material a partir de algas pardas se añaden a celulosa. Las fibras y, respectivamente, los cuerpos moldeados producidos de esta manera tienen propiedades físicas de fibra ligeramente deterioradas o, respectivamente, similares en comparación con una fibra de viscosa sin aditivos (ejemplo comparativo 3).

30

Además, el documento EP 1 259 564 describe en los ejemplos 9 y 10 la producción de fibras y cuerpos moldeados con la adición de un material a partir de plantas marinas y/o conchas de animales marinos según el proceso de carbamato. Según dicho proceso, se

logra una resistencia al desgarro en seco relacionada con la finura muy baja, que se reduce aún más mediante la adición de material de algas, dependiendo de la cantidad incorporada.

5 Se sabe que la adición de material a partir de plantas marinas, en particular de algas marinas, da una sensación particularmente suave a las fibras y cuerpos moldeados celulósicos, así como a los materiales textiles producidos a partir de las mismas, y provoca enriquecimiento con vitaminas, micronutrientes y oligoelementos, y que el alginato contenido en las algas tiene propiedades humectantes. También se ha
10 demostrado que las algas y las fibras producidas a partir de las mismas tienen propiedades antioxidantes [<http://www.smartfiber.de/index.php/seacell-de/zertifizierungen>, consultado el 17 de abril de 2016]. Por estas razones, los productos que contienen un material a partir de plantas marinas, especialmente algas marinas, se consideran particularmente agradables para la piel.

15

Todas las fibras dadas a conocer en el documento EP 1 259 564, es decir, los tipos de fibra producidos según el proceso NMMO, el proceso de viscosa y el proceso de carbamato, pero también el tipo Lyocell disponible comercialmente bajo el nombre comercial SeaCell™, cumplen los requisitos de la industria textil moderna solo de manera
20 insuficiente debido a diversas razones:

Sin acabado de alta calidad o reticulación adicional, los tipos basados en Lyocell tienden a fibrillar y, posteriormente, después de lavados repetidos, a formar superficies textiles antiestéticas que se han blanqueado, a pesar de la orientación de fibra longitudinal algo
25 inferior. Por otra parte, los tipos de fibras producidos según el proceso de viscosa presentan una estabilidad incluso ligeramente inferior en estado húmedo (resistencia en húmedo y módulo en húmedo BISFA) que las fibras de viscosa convencionales. Los tipos producidos según el proceso de carbamato tienen una resistencia a tracción en seco que es demasiado baja para la producción de hilo comercial. Además, dicho proceso no tiene
30 importancia económica, hasta la fecha, no ha habido producción de fibra industrial según el proceso de carbamato.

En comparación con esta técnica anterior, el objeto ha sido producir una fibra celulósica en la que se incorpora una cantidad de material a partir de algas perceptible para el
35 consumidor con el fin de lograr las propiedades deseadas de un tacto suave natural, capacidad de retención de humedad y agradable para la piel, pero que, además, cumple

con los requisitos mecánicos textiles aumentados tanto para estabilidad dimensional y resistencia a lavado como para comportamiento de fibrilación menor.

Dicho objeto se logra mediante una fibra de viscosa modificada según la reivindicación 1.

5 Las realizaciones preferidas se indican en las reivindicaciones dependientes. Para los propósitos de la presente invención, el término “fibra” se pretende que abarque fibras de una longitud definida, relativamente corta (por ejemplo, las denominadas “fibras discontinuas”), así como fibras de una longitud muy grande, que, en el uso lingüístico, también se denominan “filamentos”.

10

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La figura 1 ilustra la dinámica de fibrilación de fibras celulósicas tal como se determina según un ensayo de refinación de norma canadiense adaptado.

15

La figura 2 muestra la evaluación microscópica del comportamiento de fibrilación de una fibra según el ejemplo 3.

La figura 3 muestra el comportamiento de fibrilación de una fibra según el ejemplo 4.

20

La figura 4 muestra el comportamiento de fibrilación de una fibra SeaCell™.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

25 La presente invención resuelve el problema indicado anteriormente proporcionando fibras celulósicas regeneradas no fibrilantes con material de algas incorporado, que se producen según un proceso de viscosa modificado en comparación con el documento EP 1 259 564. Las fibras según la invención se caracterizan por la particular suavidad de las fibras de celulosa con un material a partir de algas incorporado, que en sí, se conoce,
30 pero muestran una tendencia significativamente reducida a la fibrilación en húmedo en comparación con fibras hiladas con disolvente basadas en el proceso NMMO.

Sorprendentemente, las modificaciones de procedimiento menores en comparación con el proceso de fabricación descrito en el documento EP 1 259 564 B1 han dado el
35 resultado de que las fibras según la invención muestran propiedades físicas de fibra significativamente mejoradas, en particular una resistencia al desgarramiento relacionada con la

finura más alta y un módulo en húmedo más alto, en comparación con las fibras del tipo de viscosa que tienen algas pardas incorporadas según el documento EP 1 259 564, el ejemplo 7 (que comprende un 15% de algas pardas) y el ejemplo 8: (que comprende un 1,67% de algas pardas sobre celulosa) e incluso en comparación con el ejemplo comparativo 3 del documento EP 1 259 564 (sin adición de algas).

Las fibras según la invención tienen un módulo en húmedo con una elongación del 5% en el estado húmedo que sigue la siguiente fórmula:

$$10 \quad \text{módulo en húmedo (cN)} \geq 0,5 \cdot \sqrt{T},$$

donde T es la masa lineica de la fibra en dtex.

Este módulo en húmedo corresponde al módulo en húmedo de una fibra modal según la definición de BISFA (*The International Bureau for the Standardization of Man-Made Fibers*) y de aquí en adelante también se denomina “módulo en húmedo BISFA” o “módulo BISFA”. El módulo en húmedo y las otras propiedades físicas textiles mencionadas en la presente solicitud se miden según los métodos de medición definidos por BISFA.

En una realización preferida, la fibra según la invención tiene una resistencia de fibra en estado condicionado que sigue la siguiente fórmula:

$$25 \quad \text{resistencia de fibra (cN/tex)} \geq 27,38 - 1,4 \cdot T.$$

Esta resistencia es significativamente más alta que la de las fibras de viscosa modificadas descritas en el documento EP 1 259 564.

Las fibras, según la invención, pueden contener del 0,5% en peso al 6% en peso, preferiblemente del 2% en peso al 6% en peso, de manera particularmente preferible del 3% en peso al 4% en peso, de material de algas basado en celulosa.

Las algas pueden provenir tanto de agua salada como dulce. Es posible la utilización de microalgas, así como de macroalgas, también especialmente ocle.

Preferiblemente, las algas utilizadas tienen un contenido de ácido algínico del 15% en

peso al 50% en peso. En una realización preferida, las fibras según la invención contienen material de algas del tipo *Ascophyllum nodosum*.

Además, las fibras según la invención tienen, incluso sin adiciones complementarias de iones metálicos, un contenido aumentado de zinc en comparación con fibras de Lyocell y/o fibras de viscosa con la misma adición de algas.

El contenido de iones de zinc es preferiblemente de al menos 200 ppm, de manera particularmente preferible de 200 ppm a 700 ppm.

10

El contenido de zinc se aumenta significativamente también en comparación con las fibras modales y está presente en la fibra según la invención al menos parcialmente como un alginato de Zn. El zinc es un oligoelemento esencial con cualidades de cuidado de la piel y, por lo tanto, se utiliza en productos para el cuidado de la piel. Los alginatos de zinc se utilizan, entre otras cosas, en vendajes para heridas. Se cree que el efecto combinado del alginato (como humectante y suavizante natural) y de iones de zinc liberables del alginato logra incluso mejores propiedades de cuidado de la piel.

15

Un proceso sirve para la producción de la fibra de viscosa según la invención que consiste en hilar una viscosa que tiene un contenido del 4% en peso al 7% en peso de celulosa, del 5% en peso al 10% en peso de NaOH, del 34% en peso al 42% en peso (basado en celulosa) de disulfuro de carbono así como del 1% en peso al 5% en peso (basado en celulosa) de un modificador en un baño de hilatura, extraer los filamentos coagulados; en el que se utiliza una viscosa cuyo valor gamma de hilatura oscila de 50 a 68 y cuya viscosidad de hilatura oscila desde 50 segundos de caída de bola hasta 150 segundos de caída de bola; en el que la razón de álcali (= concentración de celulosa/contenido de álcali) de la viscosa lista para hilatura oscila desde 0,7 hasta 1,5, y la temperatura del baño de hilatura oscila desde 34 °C hasta 48 °C, en el que se utilizan las siguientes concentraciones de baño de hilatura:

25

30

H₂SO₄ 68 g/l - 90 g/l

Na₂SO₄ 90 g/l - 160 g/l

35

ZnSO₄ 30 g/l - 65 g/l,

en el que la extracción final del baño de hilatura se produce a una velocidad de entre 15 m/min y 60 m/min, y en el que se hila un material de algas en forma de una dispersión acuosa.

5 Los valores numéricos indicados para la composición de la viscosa se refieren a su estado anterior a la adición de la dispersión del material de algas.

Un proceso similar en cuanto a los parámetros de la viscosa utilizada, el baño de hilatura y la hilatura se ha descrito en el documento WO 2011/026159 A1 de modo que puede
10 hacerse referencia a este documento para detalles adicionales con respecto al proceso de hilatura.

El modificador que se utiliza produce una estructura de vaina de la fibra según la invención de una manera conocida de por sí. Por ejemplo, el modificador puede ser una
15 amina etoxilada.

El material a partir de algas que se utiliza se proporciona preferiblemente en un estado en polvo y seco, con un contenido de agua residual de < 15%, mejor de < 10%, a un tamaño de partícula de $x_{99} \leq 20 \mu\text{m}$, mejor $\leq 15 \mu\text{m}$. Para lograr las propiedades de fibra
20 deseadas, el material de algas debe tener preferiblemente un contenido de ácido algínico de al menos el 15%. Directamente antes de su utilización, el material se dispersa preferiblemente en agua, opcionalmente añadiendo un adyuvante de dispersión, con el fin de producir una dispersión con un contenido de sólidos que oscila preferiblemente desde el 2% en peso hasta el 15% en peso. La dispersión acuosa puede desairearse en vacío
25 según sea necesario y, opcionalmente, puede añadirse a la viscosa en la razón deseada tras una filtración previa para retirar las partículas no disueltas, mientras que, al hacerlo, debe garantizarse el mezclado íntimo mediante unidades de mezclado convencionales, homogeneizadoras o similares. Tras la adición a la viscosa, puede producirse una filtración por filtros de cartucho antes de la hilatura.

30 La hilatura puede realizarse a través de hiladoras con un diámetro de orificio de 50 μm - 100 μm , dependiendo de la masa lineica deseada de las fibras.

La presente invención también se refiere a la utilización de la fibra de viscosa según la
35 invención para la producción de hilos y conjuntos textiles planos.

La invención se explicará ahora por medio de ejemplos. Estos deben entenderse como posibles realizaciones de la invención. De ningún modo la invención se limita al alcance de esos ejemplos.

- 5 Un listado detallado de los parámetros de proceso de todos los ejemplos puede encontrarse en la tabla 9 al final de la sección de ejemplos.

Ejemplo 1: Preparación de una fibra de viscosa modificada incorporada con algas según la invención

10

Se preparó una dispersión del 10% en agua desmineralizada a partir de un material vegetal en polvo seco de *Ascophyllum nodosum* y se desaireó durante 6 horas. Se produjo una fibra de viscosa sin o, respectivamente, con el 2,5% o, respectivamente, el 5% de material de algas sobre celulosa a través de hiladoras con un diámetro de orificio de 50 μm y con una extracción de 30 m/min. La dosificación de la dispersión de algas tuvo lugar directamente antes del homogeneizador, con un tiempo de residencia de <1 min delante de la hiladora.

15

Tabla 1: Propiedades de fibra de una fibra de viscosa modificada, ejemplo 1

20

Algas [%] sobre cel.	Masa lineica [dtex]	FFk [cN/tex]	FDk [%]	FFn [cN/tex]	FDn [%]	Módulo en húmedo (módulo Bisfa) [cN/tex]
0 (nada)	1,72	39,0	11,8	23,2	13,5	6,4
2,5	1,71	31,3	10,6	18,6	12,1	5,6
5	1,79	31,3	11,4	17,2	12,1	5,3

Leyenda (también se aplica a las tablas siguientes):

Masa lineica [dtex]: finura (condicionada)

25

FFk [cN/tex]: resistencia al desgarro relacionada con la finura en seco y, respectivamente, condicionada

FDk [%]: elongación de fuerza de tracción en seco máxima y, respectivamente, condicionada

FFn [cN/tex]: resistencia al desgarro relacionada con la finura en húmedo

5

FDn [%]: elongación de fuerza de tracción máxima en húmedo

Módulo en húmedo (módulo Bisfa) [cN/tex]: módulo en húmedo relacionado con finura a una elongación del 5%

10

Ejemplo 2: Preparación de una fibra de viscosa modificada incorporada con algas según la invención utilizando dispersiones de polvo concentradas de manera diferente

Se preparó una dispersión del 10%, una del 5% y una del 2,5% en agua desmineralizada a partir de un material vegetal en polvo seco de *Ascophyllum nodosum*, y las dispersiones no se desairearon. Se produjo una fibra de viscosa sin o, respectivamente, con, en cada caso, un 5% de material de algas sobre celulosa a través de hiladoras con un diámetro de orificio de 50 μm y con una extracción de 30 m/min.

20 **Tabla 2: Propiedades de fibra de una fibra de viscosa modificada, ejemplo 2**

Algas [%] sobre cel.	concentración de la dispersión de algas [g/kg]	masa lineica [dtex]	FFk [cN/tex]	FDk [%]	FFn [cN/tex]	FDn [%]	módulo en húmedo (Módulo Bisfa) [cN/tex]	WRV [%]
0 (nada)		1,76	36,6	12,6	22,7	14,9	5,9	66
5	100	1,83	23,5	11,2	11,1	12,2	4,1	81
5	50	1,98	28,4	12,7	15,3	14,8	4,5	79
5	25	1,89	29,1	11,8	17,4	13,2	5,6	86

Leyenda (también se aplica a las tablas siguientes):

25 WRV [%]: capacidad de retención de agua.

Debido a la alta viscosidad, la dispersión de algas que tiene la concentración más alta todavía contenía muchas burbujas de aire, lo que con frecuencia resultó en roturas de hebra durante la hilatura. Por lo tanto, no se pudo lograr una extracción adecuada y resistencias más altas en este caso. Cuando se dosificaron dispersiones de algas más delgadas, este problema no se produjo, las resistencias relacionadas con la finura resultantes se encuentran en un nivel significativamente más alto que las de una fibra de viscosa según el documento EP 1 259 564.

El contenido de ácido algínico del material de algas utilizado y de las fibras hiladas de ese modo se analizó tras una hidrólisis total de la fibra a través de HPLC basándose en el contenido de ácido manurónico y ácido gulurónico frente a un estándar de ácido algínico (Fluka). El contenido de ácido algínico del polvo de algas utilizado fue del 25%, el contenido de ácido algínico de las fibras estuvo entre el 0,95% y el 1,2%, que corresponde a un contenido de algas del 3,8% al 4,8%.

Tal como puede verse en la tabla 2, las fibras producidas de ese modo también tienen una capacidad de retención de agua (WRV) significativamente aumentada en comparación con una fibra de viscosa modificada sin adición de algas. Esto muestra la capacidad de retención de humedad del aditivo de algas.

Ejemplo 3: Preparación de una fibra de viscosa modificada incorporada con algas según la invención, incorporación del 4% de polvo de algas (*Ascophyllum nodosum*) sobre celulosa, medido como un 6% de dispersión en agua.

Se produjo una fibra de viscosa sin o, respectivamente, con un 4% de material de algas sobre celulosa a través de hiladoras con un diámetro de orificio de 60 μm y con una extracción de 20 m/min.

Tabla 3: Propiedades de fibra de fibra de viscosa modificada, ejemplo 3

Algas [%] sobre cel.	masa lineica [dtex]	FFk [cN/tex]	FDk [%]
0 (nada)	1,79	31,2	14,6
4	1,75	27,4	13,5

El contenido de ácido algínico de las fibras hiladas de ese modo del 0,77% al 0,83%, que corresponde a un contenido de algas del 3,35% - 3,60%, el polvo de algas utilizado tuvo un contenido de ácido algínico del 23%.

5

Ejemplo 4: Preparación de una fibra de viscosa modificada incorporada con algas según la invención, incorporación del 4% de polvo de algas (*Ascophyllum nodosum*) sobre celulosa, medido como un 6% de dispersión en agua.

10 Las fibras de viscosa modificadas según la invención que comprenden material de algas del 4% sobre celulosa se produjeron a través de hiladoras con un diámetro de orificio de 60 µm y con una extracción de 19 m/min durante aproximadamente 40 horas.

Tabla 4: Propiedades de fibra de fibras de viscosa modificada incorporadas con algas, ejemplo 4

15

Algas [%] sobre cel.	masa lineica [dtex]	Cv de masa lineica [%]	FFk [cN/tex]	FDk [%]	FFn [cN/tex]	FDn [%]	Módulo en húmedo (5%) Bisfa [cN/tex]	SFk [cN/tex]	SDk [%]	Kfk [cN/tex]
4	1,67	9	27,5	12,6	14,2	12,6	4,5	9	2,8	18,1

Leyenda (también se aplica a las tablas siguientes):

20 Cv de masa lineica: [%]: coeficiente de variación estándar

SFk [cN / tex]: resistencia de bucle relacionada con la finura condicionada

SDk [%]: elongación de bucle condicionada

25

El contenido de ácido algínico de las fibras hiladas de ese modo fue del 0,80% - 1,0%, que corresponde a un contenido de algas del 3,2% - 4,0%; el polvo de algas utilizado tuvo un contenido de ácido algínico del 25%.

Contenido de zinc de las fibras de viscosa modificadas incorporadas con algas según la invención:

- 5 El contenido de zinc se determinó después de la reducción a pasta de fibras mediante análisis ICP sobre muestras de fibra del ejemplo 3 y el ejemplo 4 en comparación con una fibra de viscosa estándar (fabricante: Lenzing AG), una fibra modal (fabricante: Lenzing AG) así como una fibra modificada con algas producida según el proceso Lyocell (SeaCell™, fabricante: Smartfiber AG).
- 10 Se mostró que las fibras de viscosa modificadas incorporadas con algas según la invención tienen un contenido de zinc de 330 ppm a 530 ppm, mientras que las fibras de viscosa estándar y las fibras modales presentan un contenido de zinc significativamente menor.
- 15 **Tabla 5: Contenido de Zn de las fibras de viscosa modificadas incorporadas con algas según la invención y de fibras comparativas**

	Algas [%]	Zn [mg/kg]
Muestra de fibra, ejemplo 3	4	410
Ejemplo 4, muestra de fibra 1	4	530
Ejemplo 4, muestra de fibra 2	4	330
Ejemplo 4, muestra de fibra 3	4	400
Ejemplo 4, muestra de fibra 4	4	360
Ejemplo 4, muestra de fibra 5	4	380
Fibra de viscosa estándar (tipo textil)	0	41
Fibra modal A	0	73
Fibra modal B	0	165
Fibra de SeaCell™	3 - 5	5

- 20 **Comparación de las fibras producidas según la invención con la técnica anterior del documento EP 1 259 564:**

1) Comparación de la tendencia a la fibrilación con una fibra de SeaCell™ disponible comercialmente.

Esta fibra es de tipo Lyocell producida según el documento EP 1 259 564 con un 3% - 5% de material incorporado de *Ascophyllum nodosum*.

5 Para estudiar la tendencia de las fibras a la fibrilación, se utilizaron los siguientes procedimientos:

a) Valor de abrasión en húmedo, método según el párrafo [0030] del documento EP 0 943 027 B1

10

b) Ensayo de CSF adaptado basado en la norma T 227 om-99 de refinación de norma canadiense

15

c) Ensayo de vibración y evaluación microscópica de la tendencia a la fibrilación, método según el párrafo [0029] del documento EP 0 943 027 B1

a) Examen del valor de abrasión en húmedo (también resistencia a la abrasión en húmedo o "NSF"):

20 Se lastran 20 fibras simples hacia abajo con un peso de pretensión dependiente de masa lineica y se suspenden de un rodillo de metal con un diámetro de 1 cm. El rodillo está cubierto con una carga de hilo de filamento de viscosa y se humedece continuamente. Durante la medición, el rodillo se hace rotar a una velocidad de 500 rpm. El rodillo realiza simultáneamente un movimiento de péndulo transversalmente hacia el eje de fibra con
25 una desviación de aproximadamente 1 cm. Se determina el número de rotaciones hasta que las fibras se desgasten. Cuanto más fuerte es la tendencia a la fibrilación en el estado húmedo, menor es el número de revoluciones logradas U, que indican el valor de la resistencia a la abrasión en húmedo basada en la masa lineica [dtex].

30 **Tabla 6: Resultados de un ensayo de abrasión en húmedo realizado sobre fibras con algas incorporadas, todas de 1,7 dtex**

	Valor de abrasión en húmedo (NSF)	
Tipo/producción de fibra	NSF	CV [%]

	[U/dtex]	
Ejemplo 2, 5% algas owc	2954	2
Ejemplo 4, 4% algas owc	2151	26
Seacell™, Smartfiber AG, proceso de Lyocell	18	27

Leyenda:

CV [%]: coeficiente de variación (desviación típica en % del valor medio)

5

b) Ensayo de CSF adaptado, refinación de norma canadiense (CSF):

En el ensayo de refinación de norma canadiense adaptado, un mezclador sirve como medida de la tendencia a la fibrilación, en el que las muestras de fibra cortadas a una longitud de 5 mm se baten en agua en dicho mezclador hasta que comienzan a fibrilar. El aparato de CSF en sí consiste en un embudo con un rebosadero y una rejilla insertada en el mismo. A medida que aumenta el grado de fibrilación, la rejilla ubicada en el aparato de CSF se obstruye, mediante lo cual más agua consigue entrar en el rebosadero y menos en el paso. En un cilindro de medición estandarizado, el volumen de agua se determina en ml en el paso después de diversos tiempos de mezcla, mediante lo cual cuanto más alto es el mismo, menos fibrila la fibra.

La figura 1 ilustra la dinámica de fibrilación determinada según esos experimentos. La abscisa indica el tiempo de mezclado en minutos, la ordenada indica el volumen de agua en el paso en ml.

Los tipos de fibra A a F examinadas según la figura 1 fueron las siguientes:

- A fibra estándar de Lyocell 1,7 dtex
- B fibra de viscosa sin algas 1,7 dtex del ejemplo 2
- C fibra de viscosa modificada incorporada con algas del ejemplo 2
- D fibra de viscosa modificada incorporada con algas del ejemplo 4

E fibra de viscosa normal 1,7 dtex

F tipo incorporado con algas basado de Lyocell, 1,7 dtex Seacell™ (Smartfiber AG)

5

Como se muestra en la figura 1, ambos tipos de Lyocell, la fibra de Lyocell estándar, así como de Seacell™, fibrilan ya después de un tiempo de mezclado de 10 minutos. Todos los tipos de fibra basados en un proceso de viscosa, es decir, también las fibras incorporadas con algas según el proceso modificado según la invención, todavía no muestran signos de fibrilación en el ensayo de CSF, incluso después de un tiempo de mezclado de 45 minutos.

10

c) Grado de fibrilación utilizando un ensayo de vibración y evaluación microscópica

15

La fricción de las fibras entre sí durante el lavado y, respectivamente, las operaciones de acabado en estado húmedo se simulan mediante el siguiente ensayo: se colocan 8 fibras en un recipiente de muestra de 20 ml con 4 ml de agua y se agitan al nivel 12 durante 3 horas en un agitador de laboratorio del tipo RO-10 de Gerhardt, Bonn (FRG). A continuación, el comportamiento de fibrilación de las fibras se evalúa bajo el microscopio contando el número de fibrillas por 0,276 mm de longitud de fibra y se indica como un valor de fibrilación que oscila desde 0 (sin fibrillas) hasta 6 (fibrilación fuerte).

20

Tabla 7: Ensayo de unión después del ensayo de vibración, número de fibrillas y grado después de 3 horas

25

Tipo/ producción de fibra	fibrillas		grado	
	muestra A	muestra B	muestra A	muestra B
Fibra del ejemplo 3, 4% de algas owc	0	0	0	0
Fibra del ejemplo 4, 4% de algas owc	0	8	0	0
SeaCell™, Smartfiber AG, proceso de Lyocell	>50	>50	3	3

Las figuras 2 a 4 muestran el resultado del examen microscópico de las fibras:

La figura 2 muestra el comportamiento de fibrilación de la fibra según el ejemplo 3.

La figura 3 muestra el comportamiento de fibrilación de la fibra según el ejemplo 4.

5 La figura 4 muestra el comportamiento de fibrilación de la fibra de SeaCell™.

Es claramente evidente que las fibras según la invención no o prácticamente no fibrilan.

10 2) Comparación de las propiedades físicas de fibra de las fibras de viscosa modificadas incorporadas con algas producidas según el proceso según la invención con las fibras de viscosa descritas en el documento EP 1 259 564 B1.

Tabla 8: Vista general comparativa de los datos físicos de fibra

	Masa lineica [dtex]	FFk [cN/tex]	FDk [%]	FFn [cN/tex]	FDn [%]	SFk [cN/tex]	KFk [cN/tex]	Módulo Bisfa [cN/tex]
EP 1 259 564 Ejemplo 7	1,7	21,7	14,2	12,4	15,8	6,0	k.A.	2,9
EP 1 259 564 Ejemplo 8	1,7	23,7	16,9	14,1	18,5	6,5	k.A.	3,0
EP 1 259 564 Ejemplo comparativo 3	1,7	24,8	17,2	14,2	21,1	6,4	k.A.	2,9
Ej.1, 2,5% de algas owc	1,71	31,3	10,6	18,6	12,1	k.A.	k.A.	5,6
Ej.1 de fibra, 5% de algas owc	1,79	31,3	11,4	17,2	12,1	k.A.	k.A.	5,3
Ej.2 de fibra, 5% de algas owc, dispersión de 100 g/l	1,83	23,5	11,2	13,2	12,2	k.A.	k.A.	4,1
Ej.2 de fibra, 5% de algas owc, dispersión de 50	1,98	28,4	12,7	15,3	14,8	k.A.	k.A.	4,5

g/l								
Ej.2 de fibra, 5% de algas owc, dispersión de 25 g/l.	1,89	29,1	11,8	17,4	13,2	k.A.	k.A.	5,6
Ej.3 de fibra, 4% de algas owc	1,75	27,4	13,5	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
Ej. 4, muestra de fibra 1, 4% de algas owc	1,8	27,6	13,1	14,5	13,7	8,8	17,6	4,2
Ej. 4, muestra de fibra 2, 4% de algas owc	1,7	27,1	12,9	14,3	12,6	9,0	17,7	4,3
Ej. 4, muestra de fibra 3, 4% de algas owc	1,7	26,3	12,7	13,5	12,3	9,0	18,6	4,4
Ej. 4, muestra de fibra 4, 4% de algas owc	1,5	28,9	11,9	14,4	11,7	9,0	18,5	5,1

Leyenda:

owc: en peso de celulosa, proporción en peso sobre celulosa

5

k.A.: sin datos

Como puede observarse en la tabla 8, con la excepción de una muestra de fibra del ejemplo 2, donde, como se mencionó anteriormente, no se obtuvieron buenas resistencias debido a roturas de hebra, la resistencia al desgarrar relacionada con la finura en el estado seco es superior a 25 cN/tex en todas las fibras producidas según la invención con material de algas incorporado, es decir, significativamente más alta que la de las fibras de viscosa del documento EP 1 259 564, ejemplos 7 y 8, e incluso más alta que la de la fibra de viscosa de referencia del ejemplo comparativo 3 del documento EP 1 259 564.

15

En particular, el módulo en húmedo según BISFA, es decir, la resistencia a la tracción a

una elongación del 5% en estado húmedo, es más alta de 4,0 cN/tex en todas las fibras producidas según la invención con material de algas incorporado, mientras que el módulo en húmedo no supera un valor de 3,0 en los tipos de viscosa del documento EP 1 259 564.

5

En lo que respecta al módulo en húmedo, todos los tipos incorporados con algas producidos según el proceso de viscosa modificada cumplen los valores mínimos definidos por BISFA para una fibra modal.

10 Con respecto a la resistencia en seco, sólo las fibras de los ejemplos 1 y 2 (excepto el ejemplo 2.1 con dispersión de algas de 100 g/l) logran los valores requeridos en la definición de modal según BISFA.

15 Por consiguiente, las fibras de viscosa modificadas según la invención que tienen incorporadas algas no son fibras modales en el verdadero sentido de la palabra, sino que aún es posible inferir valores de utilización significativamente mejorados en comparación con los ejemplos 7 y 8 del documento EP 1 259564, a partir de las propiedades físicas de fibra sustancialmente mejoradas. La conexión entre el módulo en húmedo de las fibras y la contracción superficial de las telas producidas a partir de las mismas se conoce desde
20 hace mucho tiempo (Szegö, L., Faserforsch., Text. Técn. 21.10 (1970). Puchegger ha confirmado esta conexión para fibras de viscosa y modales (Puchegger, F Lenzinger Ber., 55, 32-36 (1983) y Puchegger, F., Lenzinger Ber. 58, 94-99 (1985)).

En la tabla siguiente, se resumen los parámetros de proceso de los ejemplos 1-4:

25

Tabla 9:

Composición de viscosa:	Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4
Concentración de celulosa [% en peso]	5,8	5,8	5,6	5,4
Contenido de R18 [%]	97,5	95	96	97
Concentración de NaOH en la viscosa [%] en peso	6,2	6,1	6,5	6,7
Razón de álcali (celulosa:NaOH, ambos en g/l)	0,9	1,0	0,9	0,8

ES 1 239 889 U

CS ₂ en la viscosa [% en peso sobre celulosa]	37	39	36	38
Modificador [% en peso]	3	3	4	4
Grado de maduración (valor de gamma)	58	58	57	59
Viscosidad de hilatura [segundos de caída de bola]	96	80	95	82
Diámetro de orificio de boquilla	50 µm	50 µm	60 µm	60 µm
Composición de baño de hilatura:				
H ₂ SO ₄ [g/l]:	75	73	74	72
Na ₂ SO ₄ [g/l]:	128	123	125	120
ZnSO ₄ [g/l]:	60	65	65	60
T de baño de hilatura [°C]:	38	38	37	37
T de baño secundario [°C]	97	97	97	97
Extracción final del baño de hilatura [m/min]	30	30	20	19

REIVINDICACIONES

1. Fibra de viscosa modificada que contiene un material de algas incorporado, caracterizado por un módulo en húmedo con una elongación del 5% en estado húmedo que sigue la siguiente fórmula:

$$\text{módulo en húmedo (cN)} \geq 0,5 \cdot \sqrt{T},$$

donde T es la masa lineica de la fibra en dtex.

2. Fibra de viscosa según la reivindicación 1, caracterizada por una resistencia de fibra en el estado condicionado que sigue la siguiente fórmula:

$$\text{resistencia de fibra (cN/tex)} \geq 27,38 - 1,4 \cdot T.$$

3. Fibra de viscosa según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por un contenido de iones de zinc de al menos 200 ppm, preferiblemente de 200 ppm a 700 ppm.

4. Fibra de viscosa según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por un contenido de material de algas de al menos el 0,5% en peso, preferiblemente del 2% en peso al 6% en peso.

Figura 1

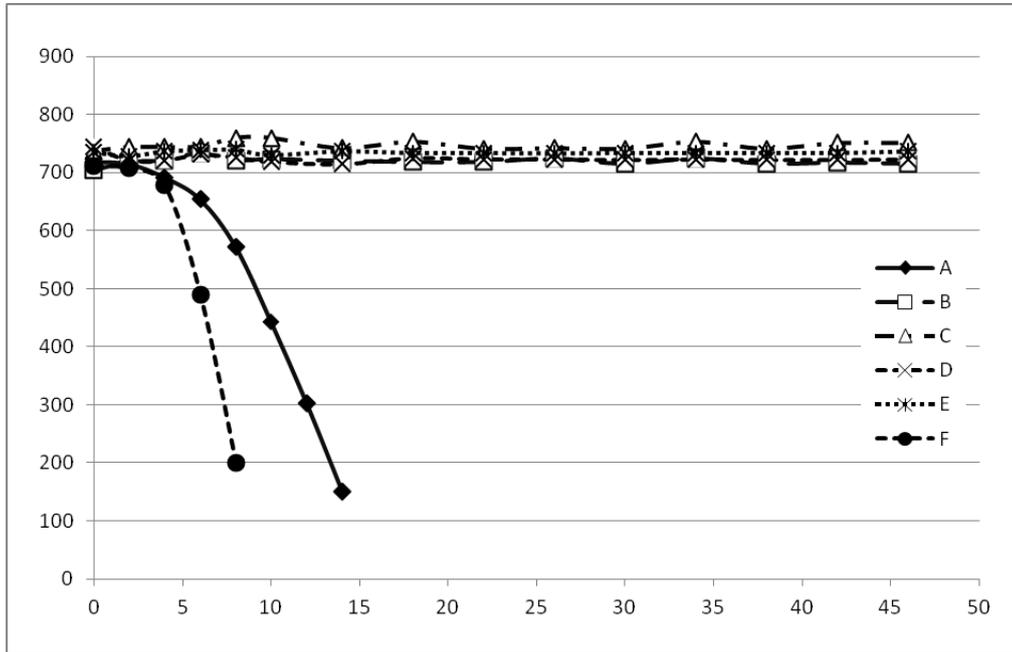


Figura 2

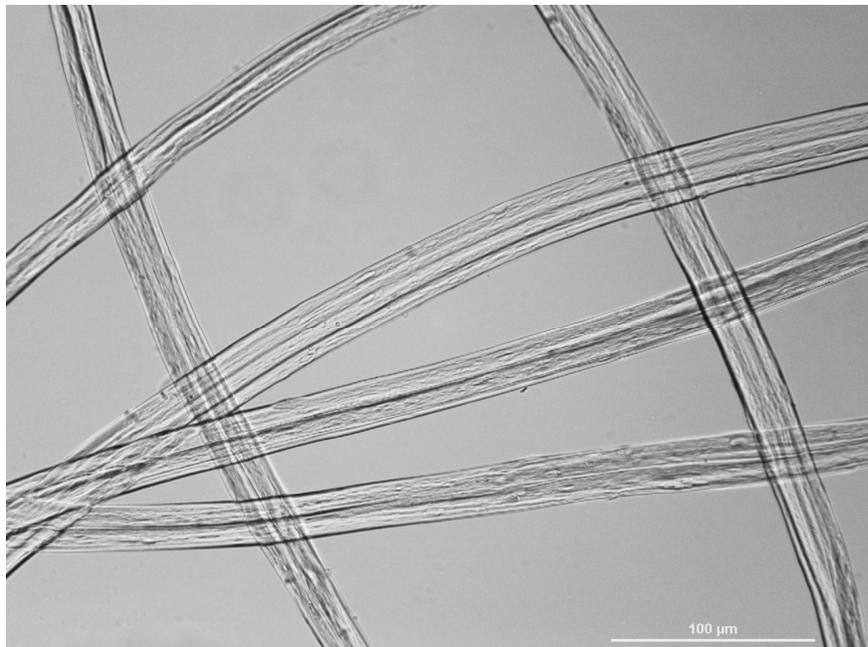


Figura 3

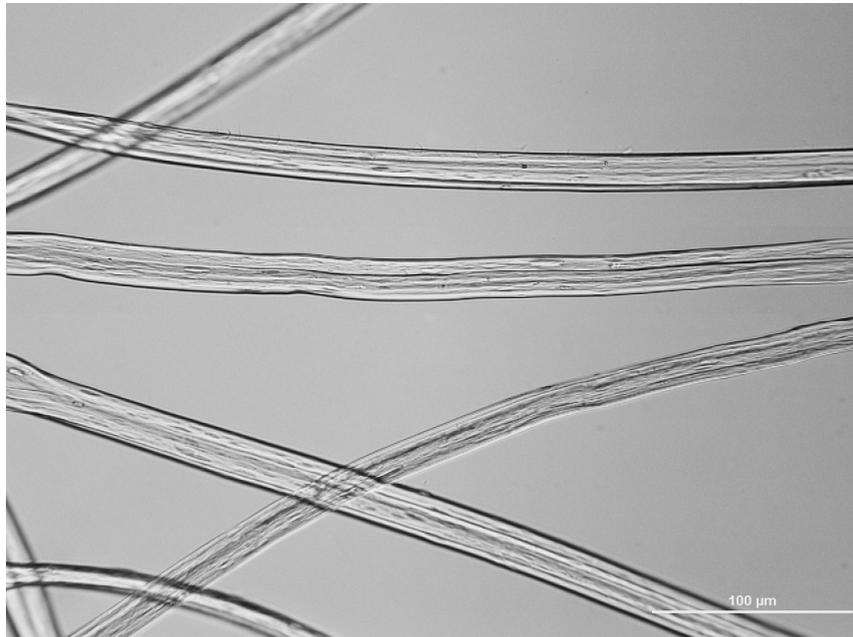


Figura 4

